



中华人民共和国国家标准

GB/T 14506.14—2010
代替 GB/T 14506.14—1993

硅酸盐岩石化学分析方法 第 14 部分：氧化亚铁量测定

Methods for chemical analysis of silicate rocks—
Part 14: Determination of ferrous oxide content

2010-11-10 发布

2011-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 14506《硅酸盐岩石化学分析方法》由以下 30 部分组成:

- 第 1 部分:吸附水量测定;
- 第 2 部分:化合水量测定;
- 第 3 部分:二氧化硅量测定;
- 第 4 部分:三氧化二铝量测定;
- 第 5 部分:总铁量测定;
- 第 6 部分:氧化钙量测定;
- 第 7 部分:氧化镁量测定;
- 第 8 部分:二氧化钛量测定;
- 第 9 部分:五氧化二磷量测定;
- 第 10 部分:氧化锰量测定;
- 第 11 部分:氧化钾和氧化钠量测定;
- 第 12 部分:氟量测定;
- 第 13 部分:硫量测定;
- 第 14 部分:氧化亚铁量测定;
- 第 15 部分:锂量测定;
- 第 16 部分:铷量测定;
- 第 17 部分:铯量测定;
- 第 18 部分:铜量测定;
- 第 19 部分:铅量测定;
- 第 20 部分:锌量测定;
- 第 21 部分:镍和钴量测定;
- 第 22 部分:钒量测定;
- 第 23 部分:铬量测定;
- 第 24 部分:镉量测定;
- 第 25 部分:钼和钨量测定;
- 第 26 部分:钼量测定;
- 第 27 部分:镍量测定;
- 第 28 部分:16 个主次成分量测定;
- 第 29 部分:稀土等 22 个元素量测定;
- 第 30 部分:44 个元素量测定。

本部分为 GB/T 14506 的第 14 部分。

本部分代替 GB/T 14506.14—1993《硅酸盐岩石化学分析方法 重铬酸钾容量法测定氧化亚铁量》。

本部分与 GB/T 14506.14—1993 相比主要变化如下:

- 增加了规范性引用文件;
- 增加了警示、警告内容;
- 将称取试料量和分取溶液改为列表表示。

本部分由中华人民共和国国土资源部提出。

本部分由全国国土资源标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位：国家地质实验测试中心。

本部分起草单位：黑龙江省地质矿产测试应用研究所、国家地质实验测试中心。

本部分主要起草人：李亚、邢云秋、王苏明。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 14506.14—1993。



硅酸盐岩石化学分析方法

第 14 部分：氧化亚铁量测定

警示——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 14506 的本部分规定了硅酸盐岩石中氧化亚铁量的测定方法。

本部分适用于硅酸盐岩石中氧化亚铁量的测定，也适用于土壤和水系沉积物中氧化亚铁量的测定。
测定范围： $>0.5\%$ 的氧化亚铁量。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 14506 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本部分，然而，鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本部分。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 14506.1 硅酸盐岩石化学分析方法 第 1 部分：吸附水量测定

3 原理

试料用氢氟酸、硫酸分解。溶液中剩余的氟加入硼酸络合之。以二苯胺磺酸钠为指示剂，用基准重铬酸钾溶液滴定，计算氧化亚铁量。

4 试剂

本部分除非另有说明，在分析中均使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 的分析实验室用水。

4.1 氢氟酸($\rho 1.15 \text{ g/mL}$)。警告——氢氟酸有毒并有腐蚀性，操作时应戴手套，防止皮肤接触。

4.2 硫酸($\rho 1.84 \text{ g/mL}$)。警告——不当的稀释易发生危险！

4.3 硫酸(1+1)。警告——不当的稀释易发生危险！

4.4 硫酸(5+95)。

4.5 磷酸($\rho 1.69 \text{ g/mL}$)。

4.6 饱和硼酸溶液。

4.7 硫-磷混合酸：取 150 mL 硫酸(4.2)慢慢倒入 700 mL 水中，冷却，加入 150 mL 磷酸(4.5)，搅匀。

4.8 硫酸亚铁铵溶液 $c[\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}] = 0.0050 \text{ mol/L}$ ：

称取 0.98 g 硫酸亚铁铵溶解于硫酸(4.4)中，再加硫酸(4.4)至 500 mL，搅匀。

4.9 重铬酸钾标准滴定溶液 $c(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0.002319 \text{ mol/L}$ ：

称取 0.6825 g 预先经 150℃干燥 2 h 的基准重铬酸钾($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$)，溶解于水中，移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1 mL 含 1.0000 mg 氧化亚铁。

4.10 二苯胺磺酸钠溶液(5 g/L)：称取 0.5 g 二苯胺磺酸钠溶解于 100 mL 水中，加 1 滴~2 滴硫酸(4.3)，贮于棕色瓶中，若颜色变绿则不能使用。

5 试样

- 5.1 单独测定亚铁,试样粒径应小于 149 μm 。
5.2 应取空气干燥试样,在称样的同时按 GB/T 14506.1 进行吸附水量的测定,最终以干态计算结果。

6 分析步骤

6.1 测定数量

同一试料,一般应进行双份测定,或按一定比例进行双份测定。

6.2 试料量

根据氧化亚铁含量范围按表 1 称取试料量。

表 1 试料量

含量范围/%	试料量/g
<2	0.5
2~5	0.25
>5~10	0.2
>10	0.1

6.3 空白试验

随同试料进行两份空白试验,所用试剂应取自同一试剂瓶,加入同等的量。

6.4 验证试验

随同试料分析同类型的标准物质。

6.5 测定

6.5.1 试料的分解和滴定

将试料(6.2)置于铂坩埚中,用水润湿,加入 5 mL 氢氟酸(4.1),再加 10 mL 近沸的硫酸(4.3),盖上坩埚盖,置于预先预热的电炉上,加热煮沸 10 min,取下,立即将坩埚放入预先盛有 200 mL 含有 25 mL 饱和硼酸溶液(4.6)的新煮沸冷却的水中,加入 15 mL 磷-硫混合酸(4.7)、2 滴二苯胺磺酸钠溶液(4.10)为指示剂,用重铬酸钾标准滴定溶液(4.9)滴定至稳定的紫色为终点。

6.5.2 空白值的测定

6.5.2.1 向随同试料空白加入 5.00 mL 硫酸亚铁铵溶液(4.8)、15 mL 磷-硫混合酸(4.7),加水至约 100 mL,加 2 滴二苯胺磺酸钠溶液(4.10)为指示剂,用重铬酸钾标准滴定溶液(4.9)滴定至紫色为终点。记下读数(V_1)。

6.5.2.2 再加入 5.00 mL 硫酸亚铁铵溶液(4.8),用重铬酸钾标准滴定溶液(4.9)滴定至紫色为终点。记下读数为(V_2)。

6.5.2.3 按式(1)计算空白消耗重铬酸钾标准滴定溶液体积(V_0)。

$$V_0 = V_1 - V_2 \quad \dots\dots\dots (1)$$

7 结果计算

计算结果以质量分数 $w(\text{FeO})$ 计,数值以 % 表示,按式(2)计算氧化亚铁量。

$$w(\text{FeO}) = \frac{(V - V_0)T \times 10^{-3}}{m} \times 100 \times \frac{100}{100 - A} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V ——滴定试料溶液消耗重铬酸钾标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定试料空白消耗重铬酸钾标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);

T ——重铬酸钾标准滴定溶液对氧化亚铁的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
 m ——试料量,单位为克(g);
 A ——试料吸附水的质量分数。
分析结果表示至小数点后第二位。

8 精密度

硅酸盐岩石中氧化亚铁量测定结果的精密度见表 2。

表 2 精密度 %

成 分	水平范围 m	重复性限 r	再现性限 R
FeO	0.18~13.39	$r=0.044+0.023\ 8\ m$	$R=0.119+0.081\ 0m$
注：本精密度数据是由 9 个实验室对 10 个水平的试料进行实验确定的。			





中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
硅酸盐岩石化学分析方法
第 14 部分：氧化亚铁量测定

GB/T 14506.14—2010

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码：100045

网址 www.spc.net.cn

电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

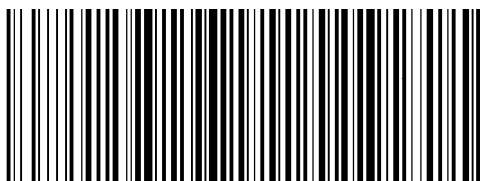
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字
2010 年 12 月第一版 2010 年 12 月第一次印刷

*

书号：155066·1-40958

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话：(010)68533533



GB/T 14506.14—2010